

Détermination du taux moyen de traceur dans un lot d'aliment hétérogène

Dans le cadre des essais d'évaluation des contaminations croisées dans les camions de livraison, il est apparu qu'il conviendrait de prélever un échantillon de 200 kg présentant une distribution hétérogène d'un traceur (i'Tec_T8). La logique voudrait que pour obtenir la concentration moyenne de cet échantillon hétérogène, il faille l'homogénéiser à l'aide d'un mélangeur avant tout prélèvement. Le traceur serait alors réparti uniformément et les échantillons prélevés censés être représentatifs du taux de traceur moyen contenu dans le mélange hétérogène initial. Ce protocole a pour inconvénients de nécessiter un investissement lourd dans un mélangeur et de demander une installation encombrante.

1. Objectif

L'objectif de cette étude est d'évaluer un autre protocole d'échantillonnage à l'aide de diviseurs. Ces appareils doivent pouvoir générer une fraction du lot hétérogène représentative de ce lot en termes de concentration en traceur. Ce protocole nécessiterait un matériel beaucoup moins onéreux et peu encombrant. Afin d'obtenir des résultats significatifs, trois méthodes, une par mélange et deux par division, sont appliquées successivement.

2. Principe

Le principe de ces essais repose sur la simulation de lot hétérogène dont la concentration moyenne est déterminée :

- Soit par calcul
- Soit après des opérations d'homogénéisation et/ou division
- Ainsi, 3 lots hétérogènes d'aliment porcelet sont constitués à l'aide de fractions de lots homogènes, dont la concentration en traceur est connue :
- Le premier de ces trois lots est homogénéisé dans un mélangeur, puis des prélèvements sont effectués dans 8 fractions.
- Ce lot homogénéisé est ensuite passé dans un diviseur au seizième pour obtenir des échantillons représentatifs qu'il sera possible de comparer à ceux obtenus par un passage direct dans ce diviseur.
- Le second lot hétérogène est divisé dans un diviseur au seizième et les résultats sont

comparés à ceux de l'aliment homogénéisé et également divisé avec ce diviseur.

- Le troisième lot hétérogène est divisé successivement au moyen d'un diviseur au demi, afin d'obtenir un ensemble d'échantillons de tailles adaptées à l'analyse.

3. Matériel

3.1. Equipement

- Diviseur au 16^{ème}
- Diviseur conique au demi.
- Diviseur à ruffles au demi.
- Mélangeur à doubles spires inversées d'une capacité de 224 litres.
- Balances.
- Big bag (capacité 1000 litres).
- Petit matériel (pots, pelles etc...)

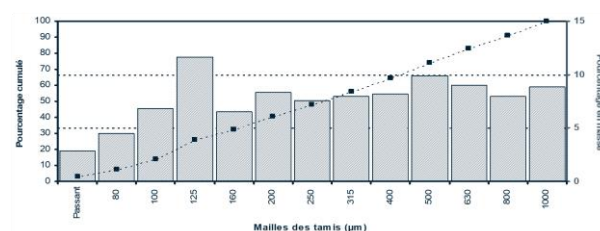
3.2. Aliment

Des quantités d'aliments homogénéisés sont préparées. Elles contiennent des concentrations décroissantes de microtraceur :

- 3 x 20 Kg d'aliment à 500 ppm
- 3 x 20 Kg d'aliment à 250 ppm
- 3 x 20 Kg d'aliment à 100 ppm
- 3 x 20 Kg d'aliment à 50 ppm
- 3 x 20 Kg d'aliment à 10 ppm
- 3 x 100 Kg d'aliment à 0 ppm

Les caractéristiques de l'aliment porcelet utilisé comme base, sont données ci-dessous.

Diamètre médian	323.3 μm
Ecart-type géométrique	2.23
Masse volumique apparente	704.5 g/cm^3
Angle de talus	60.3°



Caractéristiques physiques de l'aliment porcelet

4. Méthode

4.1. Analyse de la concentration en traceur des lots d'aliment

La méthode utilisée est celle établie par Tecaliman (i'Tec_H18). Le traceur utilisé est le RF blue lake. Il est dosé par colorimétrie.

4.2. Constitution des lots d'aliments hétérogènes

Les lots d'aliments sont introduits dans un big bag d'une capacité de 1000 litres, du plus au moins concentrés. Lors de cette étude, l'aliment a été introduit dans le big bag en le déversant au travers d'un mélangeur en mode vidange, afin de se rapprocher le plus possible des processus industriels.

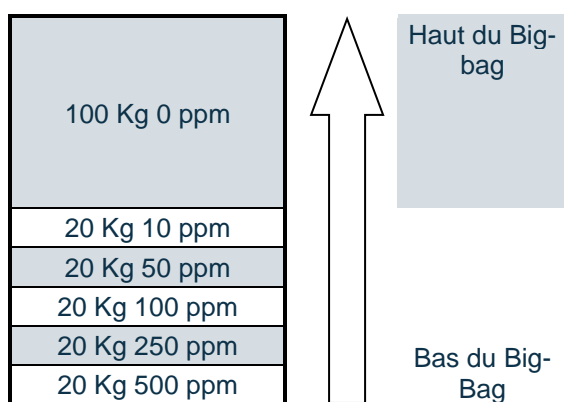


Figure 1 : Constitution des lots d'aliment hétérogène

L'hétérogénéité obtenue dans ce mélange est comparable à celle d'un lot d'aliment dans lequel la concentration en traceur chute rapidement du même type de ce qui a été obtenu lors des essais sur les camions.

A partir de ces quantités et de ces concentrations, le taux moyen théorique de traceur dans les lots hétérogènes peut être estimé à 91 ppm.

4.3. Echantillonnage avec mélangeur

Lors de cette étude, le mélangeur utilisé n'étant que de 224 litres, il n'a pas été possible de mélanger les 200 Kg d'aliment en une seule fois. Il a alors fallu procéder à un mélange en cascade de fractions de 100 Kg avec recombinaisons de sous fractions de 50 Kg. Au terme de tous ces mélanges, les 200 Kg d'aliments sont récupérés dans 8 sacs de 25 Kg. Deux prises d'essais sont alors effectuées dans chaque sac (Figure 2) pour conduire à 16 échantillons.

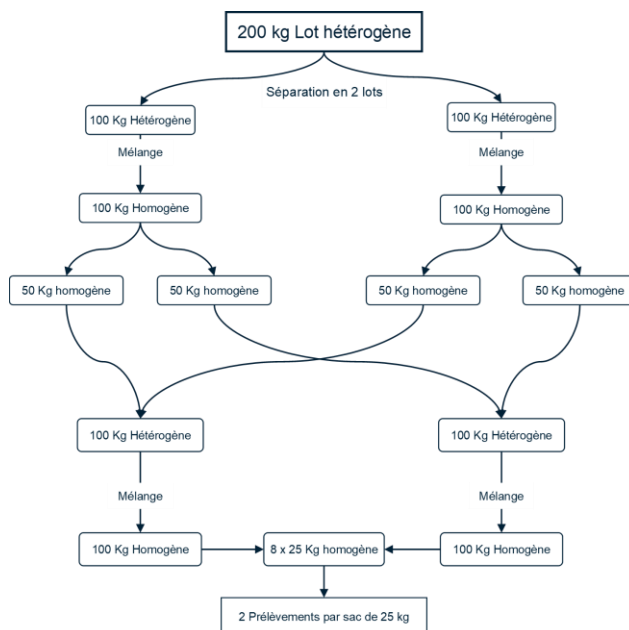


Figure 2 : Etapes d'échantillonnage avec mélangeur

4.4. Echantillonnage avec diviseur

4.4.1. Diviseur au 1/16^{ième}

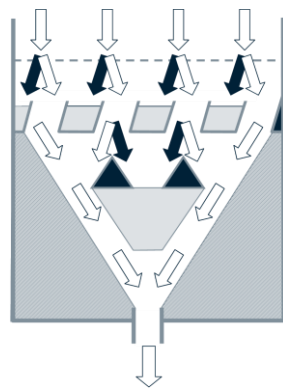
Le diviseur au 1/16^{ième} est constitué d'une plaque à inclinaison variable bordée sur les côtés. L'aliment est déposé au sommet de la plaque. Un système d'alimentation fait en sorte que la répartition se fasse sur toute la largeur. Au cours de la descente, l'aliment rencontre quatre rangées successives de diviseur, chacune ayant pour rôle de le diviser au demi. Une moitié de l'aliment tombe dans des ouvertures (Figure 3 - flèches noires) et l'autre moitié continue la descente jusqu'à la rangée suivante (Flèches blanches). En théorie, au terme de la descente, un seizième de l'aliment doit être récupéré.

Avant de démarrer l'étude proprement dite, de nombreux essais ont été réalisés, démontrant que le coefficient de division n'était finalement pas de un seizième et qu'une quantité d'environ 1 à 2 % était obtenue au lieu des 6.25 % attendus.

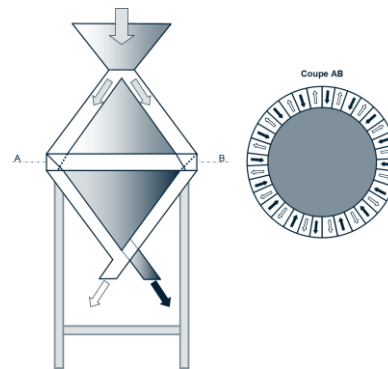
L'observation de l'appareillage a permis de conclure que ces résultats étaient dus, en partie, à un mauvais positionnement des ouvertures et des éléments de division, mais aussi à un débit trop faible en fin de descente. Cette baisse de débit favorise la sortie de l'aliment.

Après modification de l'angle d'inclinaison de la plaque et obstruction de certaines ouvertures (Figure 3), le pourcentage final obtenu a été compris entre 6 et 10 %.

Lors de l'étude, l'aliment est prélevé dans le big bag par le haut, puis déversé au travers du diviseur. La première fraction résultante est récupérée, puis passée une seconde fois dans le diviseur.



Diviseur au 1/16^{ième}



Diviseur conique au demi

Figure 3 : Schéma des diviseurs dans l'état de leur utilisation

4.4.2. Diviseur conique au 1/2

Le principe du diviseur au 1/2 est plus simple. L'aliment est versé à travers un entonnoir relié à un récipient de quelques litres. Ce récipient est composé d'un cône métallique sur lequel glisse l'aliment avant d'arriver à une partie circulaire entourant le cône (Figure 3). Cette partie circulaire est composée de nombreuses ouvertures radiales reliées alternativement à deux déversoirs distincts (Voir coupe AB).

Lors de l'étude, l'aliment est à nouveau prélevé par le haut du sac, puis déversé dans le diviseur. La fraction résultante est passée à nouveau. Cette opération est effectuée 7 fois.

Pour chaque diviseur, la fraction finale doit être comprise entre 700 g et 2.0 Kg. Celle-ci est pesée afin d'établir le nombre de prises d'essai qu'il est possible d'obtenir (Prise d'essai entre 90 et 250 g). Suivant la masse obtenue, cette fraction est alors passée au laboratoire 3 ou 4 fois dans un diviseur à rifles (division au 1/2) de façon à obtenir 8 ou 16 échantillons.

4.5. Traitement des données

Les critères d'évaluation de chaque protocole concernent la moyenne, le coefficient de variation et le taux de récupération.

Des comparaisons de moyennes selon le t de Student sont effectuées en prenant en compte la variabilité des mesures.

5. Résultats

5.1. Concentrations attendues

L'analyse des lots homogènes destinés à la préparation des lots hétérogènes permet de calculer les concentrations attendues effectives soit 96.0 ppm pour les essais mélangeur et avec le diviseur au 1/16^{ième} et de 94.7 ppm pour l'essai avec le diviseur au 1/2.

Les moyennes indiquées correspondent aux concentrations attendues pour chaque essai, calculées à partir des masses utilisées et des concentrations des lots homogènes.

5.2. Résultats

Les résultats des analyses de chaque essai sont présentés dans le Tableau 1.

	Moyenne (ppm)	CV (%)	Taux de récup. (%)
Mélangeur	97.7	3.8	101.8
Diviseur 1/16 ^{ième} (lot hétérogène)	110.2	4.1	114.8
Diviseur 1/16 ^{ième} (lot homogène)	92.9	2.0	95.1
Diviseur 1/2 (lot hétérogène)	96.4	1.8	101.8

Tableau 1 : Résultats des analyses

5.3. Résultat mélangeur

Cet essai avait pour objectif de vérifier si le protocole d'échantillonnage d'un lot homogénéisé est valide. Les résultats obtenus montrent que cette méthodologie l'est effectivement. La moyenne attendue était de 96.0 ppm, tandis que la moyenne obtenue est de 97.7 ppm. Le taux de récupération est alors de 101.8 %.

La comparaison de la moyenne mesurée à la moyenne attendue par le test de Student ne décèle aucune différence significative entre les deux moyennes au risque de 5 %.

Les échantillons peuvent donc être considérés comme représentatifs du lot. De plus, le coefficient de variation des résultats est tout à fait satisfaisant, ce qui signifie que le lot était effectivement homogène lors de la prise d'échantillons (3.8 %). Ce protocole d'échantillonnage au moyen d'un mélangeur peut alors être considéré comme valable en termes de résultat, mais il lui reste l'inconvénient majeur de nécessiter un mélangeur de cette capacité.

5.4. Diviseur au 1/16^{ième}

5.4.1. Lot hétérogène

La concentration moyenne obtenue est de 110.2 ppm. Elle est significativement supérieure à celle attendue (96.0 ppm). Le taux de récupération est

donc de 114.8 %. La comparaison de la moyenne mesurée à la moyenne attendue est effectuée à l'aide d'un test de Student.

Il apparaît donc que ce diviseur n'est pas adapté à l'échantillonnage d'un lot d'aliment hétérogène.

Cependant, le coefficient de variation des mesures est correct (4.1 %). Le problème ne provient donc pas d'une hétérogénéité des échantillons finaux, ni d'une imprécision des analyses, mais de la représentativité de l'échantillon final obtenu après deux passages dans le diviseur.

L'hypothèse, selon laquelle le diviseur sélectionne les particules fines contenant le traceur par un effet de tamis, peut être émise. Une autre serait que ce diviseur ne permette pas d'obtenir une fraction représentative. C'est-à-dire que de manière aléatoire, le diviseur permettrait le passage d'une plus grosse quantité d'une certaine partie du lot hétérogène, provoquant ainsi un déséquilibre dans la fraction finale. Il est possible, par exemple, que lors de cet essai une partie plus importante d'aliment à 500 ppm soit passée dans l'échantillon extrait générant une concentration finale trop élevée.

5.4.2. Lot homogène

Le but de cet essai est de vérifier les hypothèses émises à l'issue de l'essai sur le lot hétérogène et de savoir si le diviseur au seizième génère une fraction représentative d'un lot homogène.

Le lot utilisé pour cet essai est celui échantillonné lors de l'essai mélangeur.

La concentration attendue est comme précédemment de 96.0 ppm, la concentration obtenue est de 92.9 ppm. Ces concentrations ne diffèrent que de 3.1 ppm (taux de récupération : 95.1 %). Cependant, le test de Student met en évidence que la concentration obtenue est significativement différente de la concentration attendue au risque de 5%. De même, la comparaison entre la moyenne obtenue après mélange et celle-ci obtenue après division met en évidence une différence significative.

Le taux de récupération semblait suffisamment bon pour estimer que la fraction résultante était bien représentative du lot initial et le coefficient de variation de 2.0 % indiquait une homogénéité de cette fraction résultante, mais les résultats statistiques obtenus montrent que l'utilisation de ce diviseur ne permet pas d'obtenir un échantillonnage suffisamment représentatif d'un lot homogène. L'hypothèse selon laquelle le diviseur provoquerait un effet de tamis est infirmée, puisque pour cet essai la concentration obtenue est inférieure à la concentration attendue. C'est donc la seconde hypothèse, selon laquelle ce diviseur provoque aléatoirement le passage d'une plus grosse quantité d'une certaine partie du lot, qui doit être retenue.

5.4.3. Diviseur au 1/2

Ce dernier essai a été réalisé pour déterminer si les résultats décevants obtenus avec le diviseur au 1/16 provenaient de la procédure de division ou du modèle de diviseur. Le taux théorique attendu est de 94.7 ppm. Le taux moyen obtenu est de 96.4 ppm, soit un taux de récupération de 101.8 %, similaire à celui obtenu pour l'essai avec mélangeur. La comparaison de la moyenne mesurée à la moyenne attendue par le test de Student permet de conclure à l'absence de différence significative entre les deux moyennes au risque de 5%.

Par ailleurs, le coefficient de variation est très bon, il est du même ordre que celui de l'essai mélangeur.

L'efficacité d'un échantillonnage par division à l'aide d'un diviseur de ce type est donc démontrée.

6. Conclusion

Les résultats obtenus par le passage du lot hétérogène dans un mélangeur sont conformes à ce qui était attendu. Cette méthodologie permet effectivement d'obtenir, à partir d'un lot d'aliment hétérogène, des prises d'essai contenant une concentration équivalente à la concentration moyenne du lot initial.

L'étude des procédures par division a permis de démontrer que le diviseur au 1/16, en place à Tecaliman, utilisé dans des conditions particulières (obturation d'une partie des sorties) est inefficace pour extraire un échantillon représentatif d'un lot d'aliment homogène ou hétérogène. Il semble que la conception et la géométrie du diviseur génèrent un débit d'aliment variable dans l'espace et le temps, provoquant, à l'arrivée, une mauvaise répartition de l'aliment et l'obtention d'un échantillon non représentatif.

Toutefois, le recours à un diviseur n'est pas à exclure, car le diviseur au 1/2 permet d'obtenir des résultats concluants, puisque similaires à ce qui est obtenu après le passage par un mélangeur.

Ces observations permettent de conclure que l'obtention d'un échantillonnage représentatif d'un lot hétérogène est possible par division, à condition que le dispositif utilisé soit adapté.

7. Bibliographie

i'Doc_T8, 2003 - Elaboration d'une méthodologie pour l'évaluation des contaminations croisées par des additifs dans un camion de livraison d'aliment du bétail

i'Tec_T8, 2003 - Règles techniques pour l'évaluation des contaminations croisées dans des camions de livraison.